

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND****PRIORITY  
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

RECEIVED	
08 NOV 2004	
WIPO	PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 103 45 797.6  
**Anmeldetag:** 30. September 2003  
**Anmelder/Inhaber:** BASF Aktiengesellschaft, 67056 Ludwigshafen/DE  
**Bezeichnung:** Verfahren zur Vorbehandlung von zellulosehaltigem Textil  
**IPC:** D 06 M, D 06 P

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 27. Mai 2004  
 Deutsches Patent- und Markenamt  
 Der Präsident  
 Im Auftrag

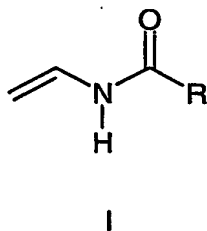
Wallner

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Vorbehandlung von zellulosehaltigem Textil, umfassend die folgenden Schritte:

(a) Behandlung von zellulosehaltigem Textil mit einer Lösung von Polymer oder Copolymer, das erhältlich ist durch

(a1) Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I,



wobei

R gewählt wird aus Wasserstoff und C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, und

(a2) gegebenenfalls partielle Hydrolyse,

(b) optional Trocknung des behandelten Textils, und

(c) optional Verseifung zumindest eines Anteils der Amidgruppen,

wobei man mindestens einen der Schritte (a2) und (c) durchführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man wässrige Lösung von Polymer oder Copolymer einsetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass in der allgemeinen Formel I R für Wasserstoff steht.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Polymer oder Copolymer, erhältlich durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I, ein M<sub>w</sub> im Bereich von 10.000 bis 1.000.000 g/mol aufweist.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man Polymer oder Copolymer einsetzt, das erhältlich ist durch
- 5 (a1) Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I und  
(a2) anschließende partielle Hydrolyse.
- 10 6. Zellulosehaltiges Textil, vorbehandelt nach einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5.
- 15 7. Verwendung von zellulosehaltigem Textil, vorbehandelt nach einem Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, zur Herstellung von gefärbtem Textil.
8. Verfahren zur Herstellung von gefärbtem zellulosehaltigem Textil, dadurch gekennzeichnet, dass man vorbehandeltes zellulosehaltiges Textil nach Anspruch 6 mit Reaktiv-, Küpen- oder Direktfarbstoff färbt.
- 20 9. Gefärbtes zellulosehaltiges Textil, erhältlich nach einem Verfahren nach Anspruch 8.

## Verfahren zur Vorbehandlung von zellulosehaltigem Textil

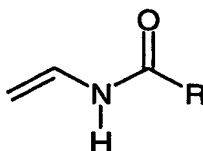
## Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Vorbehandlung von zellulosehaltigem Textil, umfassend die folgenden Schritte:

- (a) Behandlung von zellulosehaltigem Textil mit einer Lösung von Polymer oder Copolymer, das erhältlich ist durch

10

- (a1) Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I,



I

wobei

15

R gewählt wird aus Wasserstoff und C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, und

- (a2) gegebenenfalls partielle Hydrolyse,

20

- (b) optional Trocknung des behandelten Textils, und

- (c) Verseifung zumindest eines Anteils der Amidgruppen,

wobei man mindestens einen der Schritte (a2) und (c) durchführt.

25

Das Färben von zellulosehaltigem Textil kann nach verschiedenen Verfahren erfolgen. Üblich sind heute Färbungen mit Reaktiv-, Küpen- oder Direktfarbstoffen. In vielen Fällen beobachtet man jedoch, dass Ausziehgrad, d.h. der Anteil an Farbstoff, der aus der Färbeflotte auf das Textil aufgebracht werden kann, sowie Echtheitsniveau der Färbung zu wünschen übrig lassen.

30

Insbesondere bei Reaktivfärbungen wird häufig nur ein Ausziehgrad erhalten, der deutlich unterhalb von 80 % liegt. Hervorgerufen ist dieses beispielsweise dadurch, dass es in vielen Fällen nicht gelingt, eine vollständige Reaktion des Reaktivankers mit den OH-Gruppen der Zellulose zu erreichen. Der restliche Farbstoff wird in der Regel über die Kläranlage entsorgt.

35

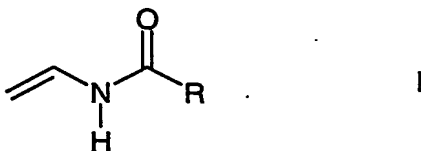
## 2

- Das in vielen Fällen unbefriedigende Echtheitsniveau der Färbung wird insbesondere dadurch verursacht, dass nicht sämtlicher Farbstoff ausreichend fixiert wird. Man beobachtet bei dem Gebrauch von Textil, dass nicht fixierter Farbstoff während der vom Endverbraucher durchgeführten Waschvorgänge ausgewaschen wird. Selbst scheinbar
- 5 ausreichend fixierter Reaktivfarbstoff kann ausgewaschen werden, wenn die chemische Bindung zwischen Reaktivfarbstoff und Faser während der üblichen Waschprozesse gespalten wird, was neben dem Anbluten der Begleitgewebe auch ein Ausbleichen des gewaschenen Textils zur Folge hat.
- 10 Um das Echtheitsniveau von Färbungen mit insbesondere Reaktivfarbstoffen zu verbessern, werden heute oft kationische Nachbehandlungsmittel für gefärbtes Textil eingesetzt, was aber mit zusätzlichen Prozessschritten im Färbeprozess bzw. in der Ausrüstung verbunden ist und dementsprechend höhere Kosten verursacht.
- 15 Weiterhin wurde vorgeschlagen, kationische Nachbehandlungsmittel und auch Polyethylenamine vor dem eigentlichen Färbeprozess auf zellulosehaltiges Textil aufzubringen. Dieses Aufbringen bewirkt eine deutlich intensivere Färbung (Bunt-Denim, TI/T 240 d, Juli 1993, BASF Aktiengesellschaft), jedoch kann man in vielen Fällen eine unerwünschte Ringfärbung beobachten, das heißt, einige oder alle Fasern sind nicht
- 20 gleichmäßig über den Querschnitt, sondern nur an der Oberfläche gefärbt. Bei starker mechanischer Beanspruchung von derartig gefärbten Fasern wird die Färbung leicht mechanisch entfernt, und die Fasern erhalten innerhalb kurzer Zeit ein unerwünschtes Aussehen.
- 25 Aufgabe der vorliegenden Verbindung war es daher, ein Verfahren zur Vorbehandlung von Textil bereit zu stellen, das die Nachteile des Stands der Technik vermeidet und insbesondere gleichmäßig durchgefärbtes Textil verfügbar macht.
- 30 Demgemäß wurde das eingangs definierte Verfahren gefunden.
- Unter zellulosehaltigem Textil bzw. Textilien sind im Rahmen der vorliegenden Erfindung zellulosehaltige Textilfasern, zellulosehaltige textile Halb- und Fertigfabrikate und daraus hergestellte Fertigwaren zu verstehen, die neben Textilien für die Bekleidungsindustrie beispielsweise auch Teppiche und andere Heimtextilien sowie technischen
- 35 Zwecken dienende textile Gebilde umfassen. Dazu gehören auch ungeformte Gebilde wie beispielsweise Flocken, linienförmige Gebilde wie Bindfäden, Fäden, Garne, Leinen, Schnüre, Seile, Zwirne sowie Körpergebilde wie beispielsweise Filze, Gewebe, Vliesstoffe und Watten. Zellulosehaltige Textilien können natürlichen Ursprungs sein, beispielsweise Baumwolle, Wolle oder Flachs, oder Mischgewebe, beispielsweise mit
- 40 Baumwolle/Polyester, Baumwolle/Polyamid, wobei die Größe des Anteils an Zellulose unkritisch ist.

## 3

Erfindungsgemäß behandelt man zellulosehaltiges Textil in einem Schritt (a) mit einer Lösung von Polymer oder Copolymer, das erhältlich ist durch

(a1) Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I,



5 wobei

R gewählt wird aus C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, verzweigt oder bevorzugt unverzweigt, wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, n-Heptyl, n-Octyl, 2-Ethylhexyl, n-Nonyl, n-Decyl; besonders bevorzugt unverzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, n-Butyl; und insbesondere Wasserstoff

10

und (a2) gegebenenfalls partielle Hydrolyse.

15

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man Copolymere ein, die durch Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I mit mindestens einem geeignetem Comonomer erhältlich sind, wobei es sich bei Copolymeren um statistische Copolymere, Blockcopolymere und speziell Pfropfcopolymere handeln kann. Geeignete Comonomere sind beispielsweise (Meth)acrylate wie beispielsweise Acrylsäuremethylester, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, N-Vinylpyrrolidon, N-Vinylimidzol, Ethylmethacrylat, Ethylen, Propylen, 1-Buten oder 1,3-Butadien.

20

25

In einer Ausführungsform enthalten Copolymere, die durch Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I mit mindestens einem geeignetem Comonomer erhältlich sind, mindestens 30 Gew.-%, bevorzugt mindestens 50 Gew.-%, bezogen auf Copolymer, an N-Vinylamid der allgemeinen Formel I.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man Copolymere aus mindestens zwei verschiedenen Monomeren der allgemeinen Formel I ein, wobei es sich bei Copolymeren um statistische Copolymere, Blockcopolymere und speziell Pfropfcopolymere handeln kann.

30

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man Homopolymere von N-Vinylformamid ein.

35

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung haben die in Schritt (a) eingesetzten Polymere oder Copolymere ein Molekulargewicht M<sub>w</sub> im Bereich von 10.000 bis 1.000.000 g/mol, bevorzugt 30.000 bis 400.000 g/mol.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man in Schritt (a) solches Polymer oder Copolymer ein, das erhältlich ist durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I und anschließende partielle Hydrolyse der Amidgruppen, beispielsweise mit verdünnter wässriger Alkalilauge oder verdünnter wässriger Alkalicarbonatlösung oder verdünnter wässriger Säure wie beispielsweise Phosphorsäure oder Schwefelsäure, wobei beispielsweise 60 mol-% oder 30 mol-% oder 10 mol-% aller Amidgruppen hydrolysiert sein können.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird wässrige Lösung des Polymers oder Copolymers, erhältlich durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I, in einer Konzentration von 0,1 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 5 Gew.-% eingesetzt.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man im Bereich von 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 8 Gew.-%, bezogen auf zellulosehaltiges Textil, an gegebenenfalls partiell hydrolysiertem Polymer oder Copolymer ein, erhältlich durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung kann man Schritt (a) ein oder mehrfach durchführen. Dabei können verschiedene Polymere bzw. Copolymere zum Einsatz kommen, von denen mindestens eines durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid erhältlich ist. Man kann aber auch jeweils das gleiche Polymer bzw. Copolymer einsetzen, das durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid und gegebenenfalls partieller Hydrolyse erhältlich ist.

Die Behandlung in Schritt (a) kann beispielsweise gemäß einem Ausziehverfahren oder einem Klotzverfahren erfolgen.

Wünscht man Schritt (a) in der Art eines Ausziehverfahrens durchzuführen, so kann man das vorzubehandelnde zellulosehaltige Textil durch eine vorzugsweise wässrige Flotte ziehen, welches eine Lösung von Polymer bzw. Copolymer, erhältlich durch Polymerisation bzw. Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I, enthält. Anschließend zieht man das zu behandelnde zellulosehaltige Textil durch Rollen und quetscht überschüssige Lösung ab.

Wünscht man Schritt (a) in der Art eines Klotzverfahrens durchzuführen, so kann man gängige Maschinen verwenden. Bevorzugt sind Foulards, die als wesentliches Element zwei aufeinandergepresste Rollen enthalten, durch die das vorzubehandelnde zellulosehaltige Textil geführt wird. Oberhalb der Rollen ist Flüssigkeit, enthaltend Lösung von Polymer bzw. Copolymer, erhältlich durch Polymerisation bzw. Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I, eingefüllt und benetzt das Textil. Durch den Druck wird das Textil abgequetscht und ein konstanter Auftrag gewährleistet. In einer

## 5

anderen Ausführungsform des Klotzens arbeitet man mit einem oder mehreren Imprägnierbädern, durch die das zu behandelnde zellulosehaltige Textil gezogen wird. Anschließend daran läuft das Textil durch einen Foulard, und überschüssige Lösung wird abgequetscht.

5

Im Anschluss an Schritt (a) kann man gemäß Schritt (a) behandeltes Textil trocknen (b). Diese optional durchzuführende Trocknung (b) kann man in gängigen Apparaturen, beispielsweise Trockenschränken, oder auch an der frischen Luft durchführen. Temperaturen im Bereich von 30°C bis 120°C sind sinnvoll, bevorzugt sind 70 bis 110°C. Die Trockendauer ist üblicherweise abhängig von der Trockentemperatur und vom gewünschten Restfeuchtegehalt und kann im Bereich von 30 Sekunden bis 3 Stunden liegen, jedoch sind auch längere oder kürzere Zeitdauern möglich.

10

Wünscht man Schritt (a) mehrfach durchzuführen, so kann man nach jedem einzelnen Behandlungsschritt (a) trocknen oder bevorzugt nur nach dem letzten Behandlungsschritt (a).

15

Im optionalen Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens verseift man zumindest einen Anteil der Amidgruppen. Darunter sind die Amidgruppen des oder der gemäß Schritt (a) auf das Textil aufgetragenen Polymere bzw. Copolymere zu verstehen, die durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I erhältlich sind.

20

Man führt im Rahmen der vorliegenden Erfindung mindestens einen der Schritte (a2) und (c) durch, d.h. man kann zellulosehaltiges Textil mit partiell hydrolysiertem Polymer oder Copolymer von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I behandeln und auf Schritt (c) verzichten, oder man kann Schritt (c) durchführen und auf eine partielle Hydrolyse nach (a2) verzichten.

25

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung behandelt man zellulosehaltiges Textil mit einer Lösung von Polymer oder Copolymer, das erhältlich ist durch Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I und das man gemäß Schritt (a2) partiell hydrolysiert hat, trocknet optional nach Schritt (b) und verseift anschließend zumindest einen Anteil der Amidgruppen gemäß Schritt (c).

30

35

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung führt man Schritt (c) so durch, dass man behandeltes und gegebenenfalls getrocknetes Textil mit verdünnter wässriger Alkalihydroxidlösung oder verdünnter wässriger Alkalicarbonatlösung behandelt, bevorzugt mit Natronlauge, Kalilauge, Natriumcarbonatlösung oder Kaliumcarbonatlösung. Als Konzentrationen sind beispielsweise 0,5 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 5 Gew.-% geeignet.

40



## 6

In einer Ausführungsform liegt die Temperatur, bei der Schritt (c) durchgeführt wird, im Bereich von Raumtemperatur bis 90°C, bevorzugt im Bereich von 70 bis 90°C.

5 Die Druckbedingungen von Schritt (c) sind unkritisch, man kann beispielsweise bei Normaldruck arbeiten, aber Drücke von beispielsweise 1,1 bar bis 10 bar sind ebenfalls denkbar.

Schritt (c) kann man in Form eines kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Verfahrens ausführen.

10

In Schritt (c) wird üblicherweise zumindest ein Anteil der Amidgruppen verseift.

15

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung verseift man mindestens ein Drittel der Amidgruppen des oder der Polymere bzw. Copolymere aus Schritt (a), bevorzugt mindestens 90 mol-% und besonders bevorzugt mindestens 95 mol-%.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung verseift man die Amidgruppen des oder der Polymere bzw. Copolymere aus Schritt (a) quantitativ.

20 Natürlich kann man im Rahmen der vorliegenden Erfindung im Anschluss an Schritt (c) Neutralisationsschritte, vorzugsweise mit organischen Säuren wie beispielsweise Citronensäure, Weinsäure, Adipinsäure oder Bernsteinsäure, durchführen. Auch kann man im Rahmen der vorliegenden Erfindung im Anschluss an Schritt (c) Spül- und Trockenschritte durchführen.

25

Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung ist zellulosehaltiges Textil, vorbehandelt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren. Es eignet sich in besonderer Weise zur Herstellung von gefärbtem Textil. Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung ist daher die Verwendung von erfindungsgemäß vorbehandeltem zellulosehaltigen Textil zur Herstellung von gefärbtem Textil.

30

Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von gefärbtem Textil, im Folgenden auch erfindungsgemäßes Färbeverfahren genannt. Das erfindungsgemäße Färbeverfahren geht aus von erfindungsgemäß vorbehandeltem zellulosehaltigem Textil und umfasst mindestens einen Färbeschritt unter Verwendung von mindestens einem Reaktiv-, Küpen- oder Direktfarbstoff, wobei die Auswahl des oder der Reaktiv-, Küpen- oder Direktfarbstoffe unkritisch ist.

35

Das erfindungsgemäße Färbeverfahren kann beispielsweise bei Normaldruck oder bei Drücken von 1,1 bis 20 bar durchgeführt werden. Bevorzugt ist es, das erfindungsgemäße Färbeverfahren bei Normaldruck durchzuführen.

40

## 7

Das erfindungsgemäße Färbeverfahren kann beispielsweise bei Temperaturen im Bereich von Zimmertemperatur bis 100°C durchgeführt werden, bevorzugt sind Temperaturen im Bereich von 50 bis 90°C. Wünscht man das erfindungsgemäße Färbeverfahren bei Drücken von 1,1 bis 20 bar durchzuführen, sind Temperaturen im Bereich von 100 bis 130°C denkbar.

Das erfindungsgemäße Färbeverfahren kann man in wässriger Färbeflotte durchführen, wobei Flottenverhältnis und Konzentration des oder der Reaktiv-, Küpen- oder Direktfarbstoffe in Färberei-üblichen Größenordnungen liegen kann.

Man beobachtet eine verbesserte Auszehrung der Färbeflotte. Führt man Schnitte an erfindungsgemäß gefärbtem Textil durch, so beobachtet man eine gleichmäßige Durchfärbung und praktisch keine Ringfärbung. Auch nach längerer mechanischer Strapazierung und mehreren Wäschen behält erfindungsgemäß gefärbtes Textil eine brillante Färbung.

Natürlich kann man im Rahmen der vorliegenden Erfindung an den eigentlichen Färbungsschritt noch Färberei-übliche Nachbehandlungsschritte anschließen; beispielhaft seien Nachseifschritte, Spülschritte, Trockenschritte und auch Ausrüstungsschritte genannt.

Durch Ausübung des erfindungsgemäßen Färbeverfahrens erhält man erfindungsgemäßes gefärbtes zellulosehaltiges Textil, das ebenfalls ein Aspekt der vorliegenden Erfindung ist.

Erfindungsgemäßes gefärbtes zellulosehaltiges Textil ist sehr gut geeignet zur Herstellung von brillant gefärbten strapazierfähigen Substraten, beispielsweise für Hosen, die auch nach mechanischer Beanspruchung und wiederholter Wäsche eine brillante Färbung aufweisen.

Die Erfindung wird durch Arbeitsbeispiele erläutert.

Beispiele 1 bis 16 und Vergleichsbeispiel V1

#### 35 I. Herstellung von Polyvinylamid

Die Herstellung von Polyvinylformamid erfolgte durch radikalische Polymerisation, vgl. „Kinetics and modelling of free radical polymerization of N-vinylformamide“, L. Gu, S. Zhu, A.N. Hrymak, R.H. Pelton, *Polymer* **2001**, 42, 3077.

40

Die Bestimmung des Molekulargewichtes erfolgte mittels Gelpermeationschromatographie (GPC) mit Polystyrol als Standard. Die Bestimmung des Hydrolysegrades erfolgte titrimetrisch.

- 5 Die Hydrolyse bzw. partielle Hydrolyse erfolgt anschließend bei 80°C mit 25 Gew.-% Natronlauge.

Tabelle 1: Übersicht über die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Vorbehandlungsverfahrens beispielhaft eingesetzten Polyvinylformamide

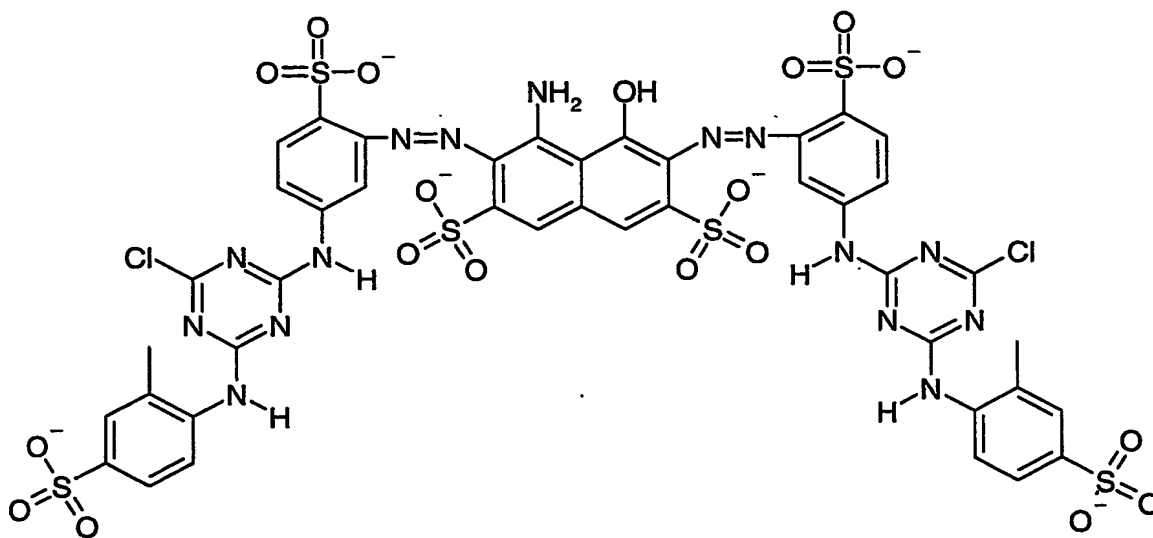
10

Polyvinylformamid	Hydrolysierte Amidgruppen nach Schritt (a2) [mol-%]	M <sub>w</sub> [g/mol]
P1	0	30.000
P2	10	400.000
P3	30	400.000
P4	60	400.000
P5	0	400.000

Verwendete Farbstoffe:

Farbstoff 1: Hexanatriumsalz des unten abgebildeten Farbstoffs:

15



Farbstoffmischung 2: je 33,3 Gew.-%

20

Cibacron Gelb LS-R = Colour Index Reaktiv Gelb 208

Cibacron Rot LS-G = Colour Index Reaktiv Rot 268

Cibacron Blau LS-3R = Colour Index Reaktiv Blau 263

9

Farbstoffmischung 3: je 33,3 Gew.-%

Procion Orange H-ER = Colour Index Reaktiv Orange 84

Procion Rot 7EB = Colour Index Reaktiv Rot 141

Procion Blau H-ERD = Colour Index Reaktiv Blau 160

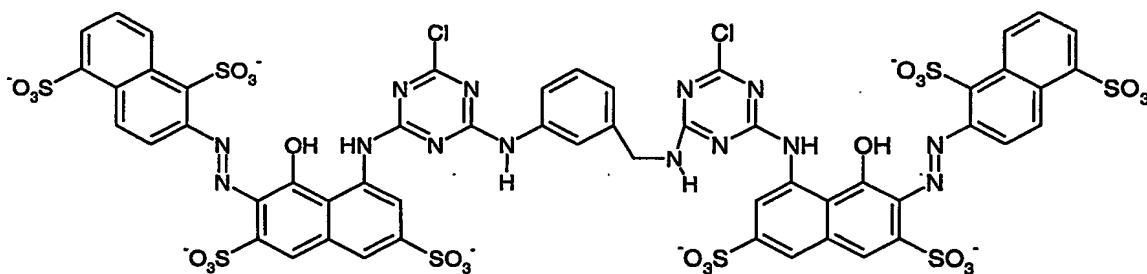
5

Farbstoff 4:

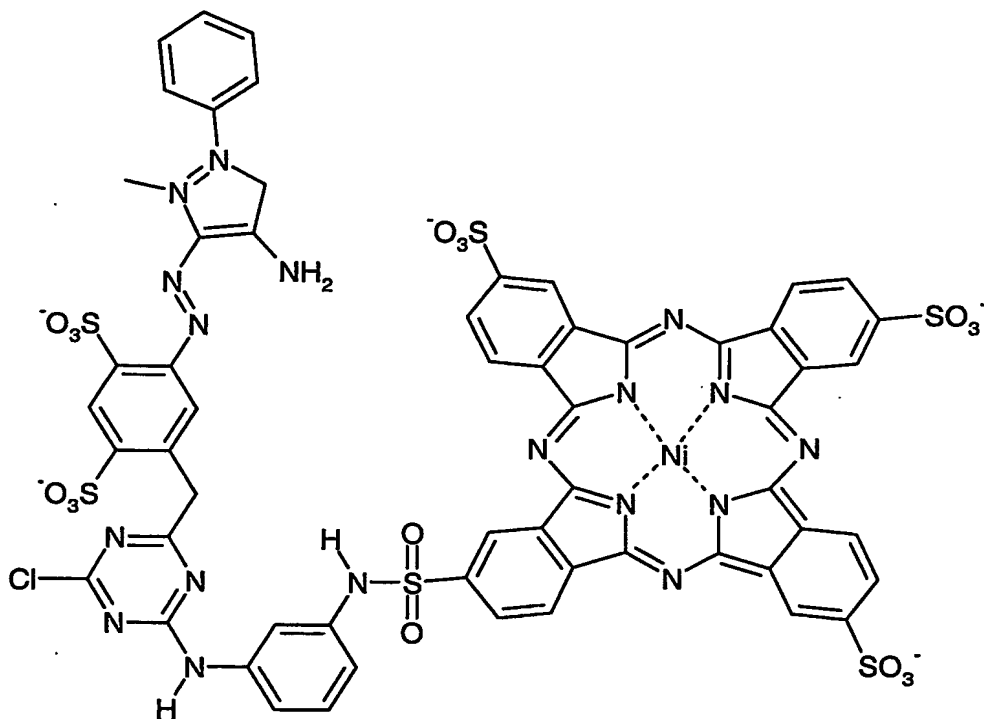
Procion Türkis H-EXL = Colour Index Reaktiv Blau 71

Farbstoff 5:

10 Procion Carmesin H-EXL, Octanatriumsalz von



Farbstoff 6: Procion Smaragd H-EXL, Pentanatriumsalz von



15

## 10

## II. Allgemeine Vorschrift zur erfindungsgemäßen Vorbehandlung des zellulosehaltigen Gewebes

5 X g Polymer gemäß den Tabellen 1 und 2 wurde in 100 ml Wasser gelöst. Anschließend wurde mittels eines Foulards (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) ein zellulosehaltiges Textil (100 % Baumwoll Webware, gebleicht, färbefertig) mit der so erhaltenen Polymer-Lösung getränkt. Die Flottenaufnahme betrug zwischen 50 und 85 Gew.-%, bezogen auf das Warengewicht. Anschließend wurde das Gewebe bei 80°C 5 Minuten lang getrocknet.

10

Das erfindungsgemäß vorbehandelte Textil wurde dann mit 3 g/l Natronlauge im Flottenverhältnis von 1:20 bei 70°C behandelt, anschließend wurde zweimal mit Wasser (25°C) gespült und anschließend mit einer wässrigen Lösung, die 1,5 g/l Citronensäure enthielt, neutralisiert (jeweils Flottenverhältnis 1:20, Behandlungsdauer 10 min bei 30°C). Das erfindungsgemäß vorbehandelte Textil wurde bei 95°C im Umlufttrockenschrank getrocknet.

20

Zur Durchführung des Vergleichsbeispiels wurde wie oben beschrieben vorgegangen, jedoch Polymer weggelassen.

## III. Allgemeine Vorschrift zur Färbung des zellulosehaltigen Gewebes

Es wurde eine wässrige Färbeflotte hergestellt aus 1 g/l Reaktivfarbstoff, 1 g/l 1-Hydroxymethylidenbisphosphonsäure, 1 g/l para-Nitrobenzolsulfon-säurenatriumsalz und 60 g/l Kochsalz. 100 ml wässrige Färbeflotte wurden mit 10 g erfindungsgemäß vorbehandelten Textils versetzt und in eine Färbeflotte überführt. Die Färbeflotte wurde verschlossen und in einen Färbeapparat (Ahiba Labomat) eingesetzt, der auf 50°C vorgewärmt war. Anschließend wurde innerhalb von 15 min auf 82°C aufgeheizt und weitere 30 min bei 82°C gefärbt. Dann wurde die Färbeflotte aus dem Färbebad entnommen, geöffnet und der Färbeflotte 1,5 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , gelöst in 10 ml Wasser, zugesetzt und homogenisiert. Die Färbeflotte wurde dann verschlossen, in den Färbeapparat eingesetzt und zur Fixierung des Farbstoffs weitere 60 min bei 82°C gehalten. Anschließend wurde innerhalb von 5 Minuten auf ca. 30°C abgekühlt, die Färbeflotte geöffnet und das erfindungsgemäß gefärbte Textil entnommen, welches dann 5 min bei 60 bis 70°C unter fließendem Wasser gespült wurde.

40

Nach dem Spülen wurde das erfindungsgemäß gefärbte Textil in einem Flottenverhältnis von 1:10 mit einer Lösung von 2 g/l Polyacrylsäure-Na-Salz ( $M_w$  70.000 g/mol) bei einem pH-Wert von 8,5 über eine Dauer von 15 min bei 98°C geseift. Im Anschluss daran wurde einmal 5 min bei 60 bis 70°C und anschließend 5 min bei 20 bis 35°C unter fließendem Wasser gespült und danach bei 80°C im Umlufttrockenschrank 20 Minuten lang getrocknet.

Man erhielt erfindungsgemäß gefärbtes Textil gemäß Beispiel 1 bis 16 (Tabelle 2) und ein Vergleichstextil gemäß Vergleichsbeispiel V1. Die erfindungsgemäßen Textilien gemäß Beispiel 1 bis 16 zeigten eine brillante Färbung. Schnitte zeigten, dass die Fasern – anders als bei Vergleichstextil gemäß Vergleichsbeispiel V1 – gleichmäßig durchgefärbt war und keine Ringfärbung aufwies.

Tabelle 2: Ergebnisse des erfindungsgemäßen Vorbehandlungsverfahrens, des erfindungsgemäßen Färbeverfahrens und von Vergleichsexperimenten (V1) mit Farbstoff 1

Beispiel Nr.	V1	1	2	3	4
Polymer	-	P1	P1	P1	P1
Einsatzmenge X [g]	-	0,625	1,25	2,5	5,0
Flottenaufnahme [Gew.-%]	-	80	80	80	80
Waschechtheit (ISO 105 C03)	4-5	5	5	5	5
Farbtiefe (V1 = 100%)	100	n.b.	n.b.	n.b.	135,1

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Beispiel Nr.	5	6	7	8
Polymer	P2	P2	P2	P2
Einsatzmenge X [g]	0,625	1,25	2,5	5,0
Flottenaufnahme [Gew.-%]	80	80	80	80
Waschechtheit (ISO 105 C03)	4 - 5	4 - 5	5	5
Farbtiefe (V1 = 100%)	n.b.	n.b.	n.b.	137,2

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Beispiel Nr.	9	10	11	12
Polymer	P3	P3	P3	P3
Einsatzmenge X [g]	0,625	1,25	2,5	5,0
Flottenaufnahme [Gew.-%]	80	80	80	80
Waschechtheit (ISO 105 C03)	5	4 - 5	5	5
Farbtiefe (V1 = 100%)	n.b.	n.b.	n.b.	139,0

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Beispiel Nr.	13	14	15	16
Polymer	P4	P4	P4	P4
Einsatzmenge X [g]	0,625	1,25	2,5	5,0
Flottenaufnahme [Gew.-%]	80	80	80	80
Waschechtheit (ISO 105 C03)	4 - 5	5	5	5
Farbtiefe (V1 = 100%)	n.b.	n.b.	n.b.	135,6

n.b.: nicht bestimmt

## 5 Tabelle 3

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Beispiel Nr.	17	18	19	20	21
Polymer	P5	P5	P5	P5	P5
Einsatzmenge X [g]	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Farbstoff / -mischung Nr.	2	3	4	5	6
Einsatzmenge Farbstoff / -mischung [Gew.-%]	6	6	2	2	2
Waschechtheit (ISO 105 C03)	4 - 5	5	5	4 - 5	5
Flottenaufnahme [Gew.-%]	80	80	80	80	80
Waschechtheit (ISO 105 C03)	4 - 5	5	5	4 - 5	4 - 5
Farbtiefe [%]	108	112	108	106	107

Die Farbtiefe einer gefärbten, ohne Polymer vorbehandelten Textilprobe wird jeweils als 100% bezeichnet.

## Verfahren zur Vorbehandlung von zellulosehaltigem Textil

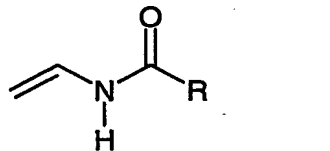
## Zusammenfassung

- 5 Verfahren zum Vorbehandlung von zellulosehaltigem Textil, umfassend die folgenden Schritte:

- (a) Behandlung von zellulosehaltigem Textil mit einer Lösung von Polymer oder Copolymer, das erhältlich ist durch

10

- (a1) Polymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylamid der allgemeinen Formel I,



wobei

15

R gewählt wird aus Wasserstoff und C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, und

- (a2) gegebenenfalls partielle Hydrolyse,

- 20 (b) optional Trocknung des behandelten Textils, und

- (c) optional Verseifung zumindest eines Anteils der Amidgruppen,

wobei man mindestens einen der Schritte (a2) und (c) durchführt.